

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 196 03 257 A 1

21 Aktenzeichen: 196 03 257.1  
22 Anmeldetag: 30. 1. 96  
43 Offenlegungstag: 31. 7. 97

51 Int. Cl.<sup>8</sup>:  
**C 09 K 19/08**  
C 07 C 255/55  
C 07 C 13/28  
C 07 C 25/18  
C 07 C 43/184  
C 07 C 43/21  
C 07 C 69/75  
G 02 F 1/13  
G 09 F 9/35  
// C 09 K 19/30, 19/20,  
19/18, 19/12, 19/58,  
19/60, C 07 C 43/215,  
255/50, 69/757, 15/54,  
255/54

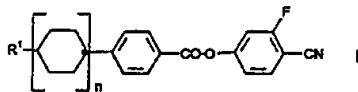
DE 196 03 257 A 1

71 Anmelder:  
Merck Patent GmbH, 64293 Darmstadt, DE

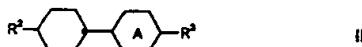
72 Erfinder:  
Weber, Georg, 64390 Erzhausen, DE; Kompter,  
Michael, Dr., 64560 Riedstadt, DE

54 Flüssigkristallgemisch

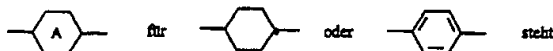
57 Die Erfindung betrifft ein Flüssigkristallgemisch, bestehend im wesentlichen aus zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel I,



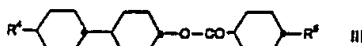
worin R<sup>1</sup> für geradkettiges Alkyl mit 2 bis 7 Kohlenstoffatomen steht und n 0 oder 1 bedeutet, zwei oder mehrere Verbindungen der allgemeinen Formel II,



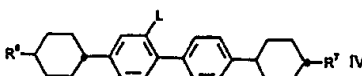
worin R<sup>2</sup> für geradkettiges Alkyl mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen steht, R<sup>3</sup> für geradkettiges Alkyl oder Alkoxy mit 1 bis 5 Kohlenstoffatomen steht und



zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel III,



worin R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> jeweils unabhängig voneinander Alkyl mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen bedeuten, und zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel IV,



worin R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> jeweils unabhängig voneinander eine der für R<sup>2</sup> angegebenen Bedeutungen haben, und L H oder F ist, sowie ein diese Mischung enthaltendes "Multi-Bottle-System" und eine auf dem Prinzip der verdrehten nematischen Zelle beruhende elektrooptische Anzeigevorrichtung.

DE 196 03 257 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 06. 97 702 031/371

9/30

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Flüssigkristallgemisch höherer Doppelbrechung und dessen Verwendung für auf dem Prinzip der verdrehten nematischen Zelle beruhende elektrooptische Anzeigevorrichtungen.

Flüssigkristalle werden vor allem als Dielektrika in Anzeigevorrichtungen verwendet, da die optischen Eigenschaften derartiger Substanzen durch eine angelegte Spannung beeinflusst werden können. Auf Flüssigkristallen beruhende elektrooptische Vorrichtungen sind dem Durchschnittsfachmann sehr wohl bekannt, und es können ihnen verschiedene Effekte zugrundeliegen. Bei Vorrichtungen dieser Art handelt es sich zum Beispiel um Zellen mit dynamischer Streuung, DAP-Zellen ("deformation of aligned phases" = Deformierung ausgerichteter Phasen), Gast/Wirtszellen, TN-Zellen mit verdrehter nematischer Struktur, STN-Zellen (STN = "supertwisted nematic" = hochverdreht nematisch), SBE-Zellen (SBE = "super-birefringence effect" = Hochdoppelbrechungseffekt) und OMI-Zellen (OMI = "optical mode interference" = Interferenz optischer Wellen). Die meist verbreiteten Anzeigevorrichtungen beruhen auf dem Schadt-Helfrich-Effekt und haben eine verdrehte nematische Struktur.

Die Flüssigkristallstoffe müssen gute chemische und thermische Beständigkeit sowie gute Beständigkeit gegenüber elektrischen Feldern und elektromagnetischer Strahlung, besonders im sichtbaren und ultravioletten Spektralbereich aufweisen. Außerdem sollten die Flüssigkristallstoffe eine niedrige Viskosität aufweisen und kurze Adressierzeiten, niedrige Schwellenspannungen, hohen Kontrast in den Zellen und gleichzeitig einen großen Sichtwinkel ergeben. Dieser große Sichtwinkel ergibt sich aus der sogenannten ersten "Minimum"-Bedingung (US-Patentschrift Nr. 43 98 803). Der optische Weglängenunterschied, d. h. das Produkt der Zellentdicke und der Doppelbrechung soll auf etwa 0,4–0,5  $\mu\text{m}$  eingestellt werden. Daher sind bei Zellenticken von etwa 2,5–4  $\mu\text{m}$  Flüssigkristallgemische mit Doppelbrechung von etwa 0,12 bis 0,19 erforderlich. Überdies sollten sie eine geeignete Mesophase aufweisen, bei den oben genannten Zellen beispielsweise eine nematische oder cholesterische Mesophase, bei üblichen Betriebstemperaturen, d. h. im allgemeinen dem größtmöglichen Bereich über und unter Zimmertemperatur: da Flüssigkristalle im allgemeinen als Gemische mehrerer Komponenten verwendet werden, ist es wichtig, daß die Komponenten leicht miteinander mischbar sind. Weitere Eigenschaften, wie die elektrische Leitfähigkeit, die dielektrische Anisotropie und optische Anisotropie müssen, je nach Zelltyp und Anwendungsbereich, verschiedenen Anforderungen genügen. Zum Beispiel sollten Materialien für Zellen mit verdrehter nematischer Struktur eine positive dielektrische Anisotropie und niedrige elektrische Leitfähigkeit aufweisen.

Für mit niedrigen Multiplexverhältnissen adressierte Anzeigevorrichtungen (Anzeigen), welche den bevorzugten Gegenstand der vorliegenden Erfindung darstellen, sind nematische Gemische mit Klärpunkten über 55° (vorzugsweise über 70°), Doppelbrechung im Bereich von 0,185 bis 0,110 (vorzugsweise 0,165 bis 0,115) und Schwellenspannungen im Bereich von 1,15 bis 2,25 Volt (vorzugsweise von 1,17 bis 2,20) erwünscht.

Ein bekanntes Gemisch aus dem Stand der Technik ist E80A (BDH, Poole, Großbritannien), welches Cyanbiphenyle enthält und die folgenden Parameter aufweist:

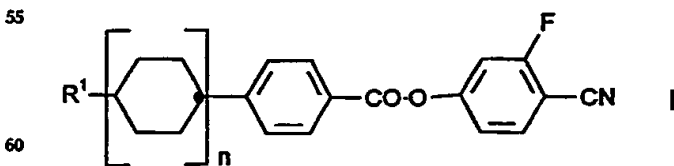
$T_{SN} = -15^\circ$   
 $T_{NI} = 60,0^\circ$   
 $\Delta n = 0,1460$   
 $\gamma_{20} = 41 \text{ cSt}$   
 $V_{10}(\text{TN}) = 2,07 \text{ Volt}$

Für viele Anwendungen weisen Gemische dieses Typs jedoch unerwünscht niedrige Doppelbrechung bzw. einen für Anwendungen im freien zu kleinen nematischen Phasenbereich auf.

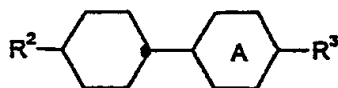
In der DE 43 37 439 werden Multi-Bottle-Systeme beschrieben, die es erlauben, flüssigkristalline Zusammensetzungen mit Doppelbrechungen zwischen 0,115 und 0,165 und Schwellenspannungen zwischen 1,2 und 2,1 Volt bereitzustellen. Diese Systeme weisen jedoch hohe Viskositäten auf (zwischen 35 und 44  $\text{mm}^2/\text{s}$ ), die zu langen Schaltzeiten führen.

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein ähnliches Multi-Bottle-System zur Verfügung zu stellen, dessen Viskositäten niedriger liegen.

Gegenstand vorliegender Erfindung ist ein Flüssigkristallgemisch, bestehend im wesentlichen aus zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel I,

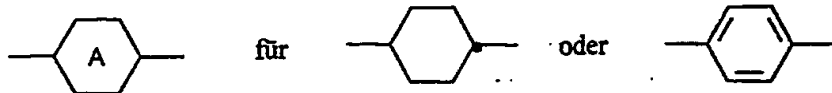


worin  $\text{R}^1$  für geradkettiges Alkyl mit 2 bis 7 Kohlenstoffatomen steht und  $n$  0 oder 1 bedeutet, vorzugsweise ein Flüssigkristallgemisch, das eine oder mehrere Verbindungen der Formel I mit  $n$  gleich 1 sowie eine oder mehrere Verbindungen der Formel I mit  $n$  gleich 0 enthält, zwei oder mehrere Verbindungen der allgemeinen Formel II,

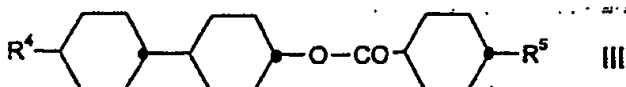


II

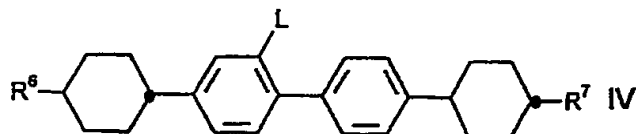
worin R<sup>2</sup> für geradkettiges Alkyl mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen steht, R<sup>3</sup> für geradkettiges Alkyl oder Alkoxy mit 1 bis 5 Kohlenstoffatomen steht und



steht  
zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel III,



worin R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> jeweils unabhängig voneinander Alkyl mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen bedeuten, und zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel IV,



worin R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> jeweils unabhängig voneinander eine der für R<sup>2</sup> angegebenen Bedeutungen haben, und L H oder F ist, vorzugsweise ein Flüssigkristallgemisch, das eine oder mehrere Verbindungen der Formel IV mit L gleich H sowie eine oder mehrere Verbindungen der Formel IV mit L gleich F enthält, insbesondere ein Flüssigkristallgemisch bei dem der Anteil der Verbindungen der Formeln I und II im Gesamtgemisch 70–85 Gew.-% beträgt.

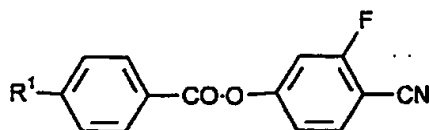
Es wurde gefunden, daß bereits ein verhältnismäßig kleiner Anteil an Verbindungen der Formel III oder IV zu einer erheblichen Verbesserung der der Mesophasenbereiche führt. Die Verbindungen der Formel III weisen eine niedrige optische Anisotropie auf. Jedoch wird die optische Anisotropie des Gemisches im angegebenen Mischungsbereich durch die Verbindungen der Formel III nur verhältnismäßig wenig herabgesetzt, während der Mesophasenbereich wesentlich verbessert wird. Größere Mengen einer Verbindung der Formel I ergeben im allgemeinen nur eine geringe Verbesserung der Schwellenspannung, dagegen eine verhältnismäßig große Erhöhung der Viskosität. Dank der Erfindung ist es daher leichter, zu Flüssigkristallmischungen mit niedriger Schwellenspannung und breiten Mesophasenbereichen zu gelangen.

Der Begriff Alkyl mit 1 bis 7 Kohlenstoffatomen schließt vorzugsweise geradkettiges Alkyl mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ein und deckt die geradkettigen Gruppen Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, Nonyl und Decyl ein. Gruppen mit 2–7 Kohlenstoffatomen werden im allgemeinen bevorzugt.

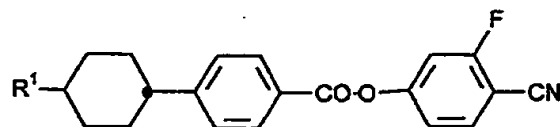
Bevorzugte Reste R<sup>3</sup> mit einer Alkoxygruppe werden nachstehend aufgeführt:  
Alkoxygruppen mit 1–5 Kohlenstoffatomen, insbesondere die geradkettigen Gruppen Methoxy, Ethoxy, Propoxy, Butoxy, Pentoxy. Gruppen mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen werden im allgemeinen bevorzugt.

Die Verbindungen der Formeln I bis IV sind bekannt oder sind Analoge bekannter Verbindungen (Formel I: EP 0 19 665, Formel II: DE 26 36 684 bzw. DE 33 21 373, Formel III: DE 28 00 553, Formel IV (L = H): DE 29 48 836, (L = F): DE 31 17 152). Geeignete Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sind dem Fachmann bekannt.

Formel I deckt die hochpolaren Verbindungen der allgemeinen Formeln Ia und Ib



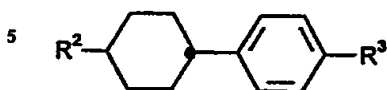
Ia



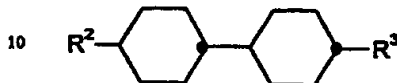
Ib

ab.

Formel II deckt die apolaren Verbindungen der Formeln IIa und IIb



IIa



IIb

ab, von denen IIa zur Erzielung besonders niedriger Viskositäten bevorzugt werden.

15 Durch geeignete Wahl der Bedeutungen von R¹ bis R⁷ und die Bedeutung von n, können die Schaltzeiten, die Schwellenspannungen, die Steilheit der Durchlässigkeitskennlinien usw. auf gewünschte Art abgeändert werden.

Das optimale Mischungsverhältnis der Verbindungen der Formeln I bis IV hängt weitgehend von den gewünschten Eigenschaften, von den gewählten Komponenten der Formeln I bis IV und von der Wahl ggf. enthaltener Komponenten ab. Geeignete Mischungsverhältnisse innerhalb des oben angeführten Bereichs sind leicht von Fall zu Fall zu bestimmen. Im allgemeinen wird ein Verhältnis zwischen dem Gesamtgewicht von Verbindungen der Formel I und dem Gesamtgewicht von Verbindungen der Formel II zwischen etwa 2 : 1 und 1 : 2 bevorzugt.

Die Gesamtmenge an Verbindungen der Formeln I bis IV in den erfindungsgemäßen Gemischen ist nicht entscheidend. Die Mischungen können daher noch eine oder mehrere weitere Komponenten enthalten, um so verschiedene Eigenschaften zu optimieren. Die beobachtete Auswirkung auf die Mesophasenbreite und die Schwellenspannung ist aber im allgemeinen desto größer, je höher die Gesamtkonzentration an Verbindungen der Formeln I bis IV ist.

Bevorzugte erfindungsgemäße Mischungen sind daher jene, bei welchen der Anteil an Verbindungen der Formeln I bis IV zusammen im Gesamtgemisch wenigstens 50 bis 90 Gew.-% beträgt, und insbesondere jene, in welchen der Anteil an Verbindungen der Formel I wenigstens 25 Gew.-% beträgt. Selbstverständlich kann der Anteil auch bis zu 100 Gew.-% betragen.

Bevorzugte Konzentrationsbereiche für die Verbindungen der Formeln I bis IV ergeben sich aus den aufgeführten Gewichtsverhältnissen und den bevorzugten Gesamtmenge. Besonders bevorzugt sind Mischungen, bei denen der Anteil an einer oder mehreren Verbindungen der Formel II in der Gesamt Mischung 20 bis 45 Gew.-% beträgt, insbesondere 30—40 Gew.-%. Weiterhin sind solche Mischungen besonders bevorzugt, in welchen der Anteil an einer oder mehreren Verbindungen der Formel III im Gesamtgemisch höchstens 15 Gew.-%, insbesondere höchstens 12 Gew.-% beträgt.

Besonders bevorzugt werden Mischungen, in welchen der Anteil an einer oder mehreren Verbindungen der Formel IV im Gesamtgemisch 7,5—25 Gew.-%, insbesondere 10—20 Gew.-% beträgt.

40 Die Gesamtmenge an ggf. im Gemisch enthaltenen Verbindungen der Formel I mit m gleich 1, beträgt vorzugsweise mindestens 5 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 10 Gew.-%. Enthält die erfindungsgemäße Mischung eine oder mehrere Verbindungen der Formel Ia und eine oder mehrere Verbindungen der Formel Ib, so ist das Gewichtsverhältnis zwischen den Verbindungen der Formel Ia und den Verbindungen der Formel Ib vorzugsweise mindestens 3 : 1 bis 1 : 1, insbesondere 2,5 : 1 bis 1,5 : 1.

45 Erfindungsgemäße Flüssigkristallgemische bestehen vorzugsweise zu 30—50 Gew.-% aus zwei oder mehr Verbindungen der Formel I, zu 25—45 Gew.-% aus einer oder mehreren Verbindungen der Formel II, zu 4—15 Gew.-% aus drei oder mehr Verbindungen der Formel III und zu

50 4—15 Gew.-% aus zwei oder mehr Verbindungen der Formel IV.

Besonders bevorzugt werden aus Verbindungen der Formeln I bis IV bestehende Flüssigkristallgemische, worin

R¹ n-Alkyl mit 2, 3, 4, 5 oder 7 C-Atomen bedeutet,

R² n-Alkyl mit 3 oder 5 C-Atomen bedeutet,

55 R³ n-Alkyl oder n-Alkoxy mit 1 oder 3 C-Atomen bedeutet,

R⁴ und R⁵ jeweils n-Alkyl mit 3, 4 oder 5 C-Atomen bedeuten,

R⁶ und R⁷ jeweils n-Alkyl mit 3 oder 5 C-Atomen bedeuten.

Ganz besonders bevorzugt sind Flüssigkristallgemische, die

3 bis 8 Verbindungen der Formel I,

60 2 oder 3 Verbindung der Formel II,

2 Verbindungen der Formel III und

2 bis 5 Verbindungen der Formel IV

enthalten,

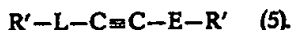
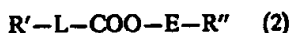
insbesondere solche, die 2 Verbindungen der Formel II mit R³ gleich Alkoxy, und 1 Verbindung der Formel II mit R³ gleich Alkyl enthalten,

65 insbesondere solche, die 2 Verbindungen der Formel IV mit L gleich H und eine oder mehrere Verbindung der Formel IV mit L gleich F enthalten.

Die erfindungsgemäßen Gemische sind besonders geeignet für nematische und cholesterische Anwendungen.

Das Gemisch der Verbindungen der Formeln I, II, III und IV kann als solches oder in Mischung mit weiteren flüssigkristallinen und/oder nichtflüssigkristallinen Komponenten verwendet werden. Geeignete weitere Komponenten sind dem Fachmann bekannt und z. T. im Handel erhältlich, wie zum Beispiel nematische oder nematogene (monotrope oder isotrope) Substanzen der Klassen der Azoxybenzole, Benzylidenaniline, Biphenyle, Terphenyle, Benzoessäurephenyl- oder Cyclohexylester, Phenyl- oder Cyclohexylester der Cyclohexancarbonsäure, Phenyl- oder Cyclohexylester der Cyclohexylbenzoessäure, Cyclohexylester der Benzoessäure, der Cyclohexancarbonsäure und der Cyclohexylcyclohexancarbonsäure, Phenylcyclohexane, Cyclohexylbiphenyle, Phenylcyclohexylcyclohexane, Cyclohexylcyclohexane, Cyclohexylcyclohexene, Cyclohexylcyclohexylcyclohexene, 1,4-bis-Cyclohexylbenzole, 4,4'-Biscyclohexylbiphenyle, Phenyl- oder Cyclohexylpyrimidine, Phenyl- oder Cyclohexylpyridine, Phenyl oder Cyclohexylthioxane, Phenyl- oder Cyclohexyl-1,3-dithiane, 1,2-Diphenylethane, 1,2-Dicyclohexylethane, 1-Phenyl-2-cyclohexylethane, 1-Cyclohexyl-2-(4-phenylcyclohexyl)-ethane, 1-Cyclohexyl-2-biphenylethane, 1-Phenyl-2-cyclohexylphenylethane, gegebenenfalls halogenierte Stilbene, Benzylphenyläther, Tolane und substituierte Zimtsäuren. Die 1,4-Phenylengruppen in diesen Verbindungen können auch fluoriert sein.

Die wichtigsten, als weitere Bestandteile von erfindungsgemäßen Medien geeigneten Verbindungen können durch die Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 charakterisiert werden:



In den Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 bedeuten L und E, die gleich oder verschieden sein können, jeweils, unabhängig voneinander, einen zweiwertigen Rest aus der Gruppe —Phe—, —Cyc—, —Phe—Phe—, —Phe—Cyc—, —Cyc—Cyc—, —Pyr—, —Dio—, —G—Phe— und deren Spiegelbilder, wobei Phe unsubstituiertes oder fluorsubstituiertes 1,4-Phenyl, Cyc trans-1,4-Cyclohexyl oder 1,4-Cyclohexenyl, Pyr Pyrimidin-2,5-diyl oder Pyridin-2,5-diyl, Dio 1,3-Dioxan-2,5-diyl und G 2-(trans-1,4-Cyclohexyl)ethyl, Pyrimidin-2,5-diyl, Pyridin-2,5-diyl oder 1,3-Dioxan-2,5-diyl bedeutet.

Einer der Reste L und E ist vorzugsweise Cyc, Phe oder Pyr. E ist vorzugsweise Cyc, Phe oder Phe—Cyc. Die erfindungsgemäßen Medien enthalten vorzugsweise eine oder mehrere, aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 ausgewählte Komponenten mit L und E aus der Cyc, Phe und Pyr umfassenden Gruppe, und gleichzeitig eine oder mehrere, aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 mit einem der Reste L und E aus der Cyc, Phe und Pyr umfassenden Gruppe und dem anderen aus der —Phe—Phe—, —Phe—Cyc—, —Cyc—Cyc—, —G—Phe— und —G—Cyc— umfassenden Gruppe und gegebenenfalls eine oder mehrere aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 ausgewählte Komponenten mit Resten L und E aus der —Phe—Cyc—, —Cyc—Cyc—, —G—Phe— und —G—Cyc— umfassenden Gruppe.

Bei einer bevorzugten Untergruppe der Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 handelt es sich bei R' und R'' jeweils, unabhängig voneinander, um Alkyl, Alkenyl, Alkoxy, Alkenyloxy oder Alkanoyloxy mit bis zu 8 Kohlenstoffatomen (Gruppe 1). Bei den meisten dieser Verbindungen sind R' und R'' voneinander verschieden, wobei einer dieser Reste meist Alkyl oder Alkenyl ist. Bei einer weiteren bevorzugten Untergruppe der Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 ist R'' —CN, —CF<sub>3</sub>, F, Cl, —OCN oder —NCS; in diesem Fall hat R die für die Verbindungen der Gruppe 1 angegebene Bedeutung und ist vorzugsweise Alkyl oder Alkenyl (Gruppe 2). Es sind aber auch andere Varianten der vorgeschlagenen Substituenten bei den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 verbreitet. Viele derartige Substanzen wie auch deren Mischungen sind im Handel erhältlich. Alle diese Substanzen können durch aus der Literatur bekannte Verfahren oder analog zu diesen erhalten werden.

Neben den Komponenten aus der Gruppe 1 enthalten die erfindungsgemäßen Gemische vorzugsweise auch Komponenten aus der Gruppe 2, deren Anteile vorzugsweise wie folgt sind:

Gruppe 1: 20 bis 90%, insbesondere 30 bis 90%,

Gruppe 2: 10 bis 80%, insbesondere 10 bis 50%,

wobei die Summe der Anteile der Verbindungen der Formeln I, II, III und IV der Verbindungen aus den Gruppen 1 und 2 jeweils 100% ergibt.

Die erfindungsgemäßen Gemische enthalten vorzugsweise 1 bis 40%, besonders bevorzugt 5 bis 30% an erfindungsgemäßen Verbindungen. Weitere bevorzugte Medien sind jene, die mehr als 40%, insbesondere 45 bis 90% an erfindungsgemäßen Verbindungen enthalten. Die Medien enthalten vorzugsweise 3, 4 oder 5 erfindungsgemäße Verbindungen.

Neben einer oder mehreren Verbindungen der Formeln I, II, III und/oder IV enthalten die erfindungsgemäßen Flüssigkristallmischungen vorzugsweise als weitere Bestandteile 2 bis 40, insbesondere 4 bis 30 Komponenten. Diese Mischungen enthalten ganz besonders bevorzugt 7 bis 25 Komponenten zusätzlich zu einer oder mehreren Verbindungen der Formeln I, II, III und/oder IV.

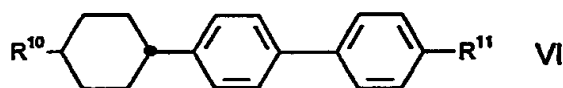
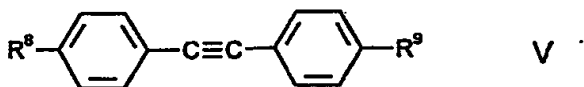
Um die Materialkenngrößen auf die entsprechenden Anzeigekeenngrößen abzustimmen, werden die erfindungsgemäßen Medien in einer besonders bevorzugten Ausführungsform durch Vermischung sogenannter "Multi-Bottle-Systeme" hergestellt. Mit einem "Zwei- oder Vielflaschensystem" kann die erforderliche optische Anisotropie im allgemeinen entsprechend der Schichtdicke der TN-Anzeigevorrichtungen eingestellt werden.

Überdies kann mit dem erfindungsgemäßen "Multi-Bottle-Systeme" die Schwellenspannung bei einer vorgegebenen optischen Anisotropie eingestellt werden.

Gegenstand der Erfindung ist somit ein Multi-Bottle-System mit zwei oder mehr Flüssigkristallbestandteilen, von denen mindestens zwei Komponenten fast die gleiche Schwellenspannung, jedoch unterschiedliche optische Anisotropie aufweisen, oder wenigstens zwei Komponenten fast gleiche optische Anisotropie, jedoch unterschiedliche Schwellenspannung aufweisen, dadurch gekennzeichnet, daß eine Komponente (A) ein Flüssigkristallmedium gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 ist.

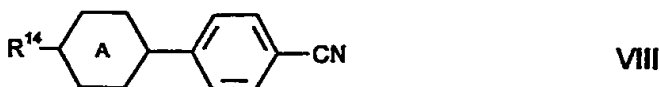
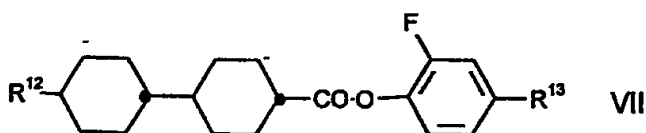
Bevorzugte Multi-Bottle-Systeme sind:

a) Multi-Bottle-System, bei welchem die Komponente (A) eine optische Anisotropie von 0,115—0,125 und die andere (B) eine optische Anisotropie von 0,155—0,165 und fast die gleiche Schwellenspannung aufweist wie (A), insbesondere bei welchem die Komponente (B) im wesentlichen aus Verbindungen besteht; die ausgewählt wurden aus den Formeln I, II, IV sowie V und VI:



worin  $\text{R}^8$ ,  $\text{R}^9$ ,  $\text{R}^{10}$  und  $\text{R}^{11}$  die für  $\text{R}^2$  und  $\text{R}^3$  angegebenen Bedeutungen haben.

b) Multi-Bottle-System, bei welchem Komponente (A) eine Schwellenspannung von etwa 1,2 Volt, und Komponente (C) eine Schwellenspannung von etwa 2,2 Volt und fast die gleiche optische Anisotropie wie (A) aufweist, insbesondere bei welchem Komponente (C) im wesentlichen aus Verbindungen besteht, die ausgewählt wurden aus den Formeln I, II, IV, VI sowie VII und VIII



worin  $\text{R}^{12}$ ,  $\text{R}^{13}$  und  $\text{R}^{14}$  eine der für  $\text{R}^3$  angegebenen Bedeutungen hat und Ring A eine der für Formel II angegebenen Bedeutungen aufweist, vorzugsweise für trans-1,4-Cyclohexylen steht.

d) Multi-Bottle-System, bei welchem Komponente (D) eine optische Anisotropie von 0,155—0,165 und eine Schwellenspannung von etwa 2,2 Volt aufweist, insbesondere bei welchem Komponente (D) im wesentlichen aus Verbindungen besteht, die ausgewählt wurden aus den Formeln II, IV, V, VI und VIII.

Die Erfindung bezieht sich weiterhin auf eine elektrooptische Anzeigevorrichtung, beruhend auf dem Prinzip der verdrehten nematischen Zelle, dadurch gekennzeichnet, daß sie ein Flüssigkristallmedium gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9, oder ein aus den Vielflaschensystemen gemäß einem der Ansprüche 10 bis 16 erhältliches Flüssigkristallmedium als Dielektrikum enthält.

Die erfindungsgemäßen Gemische können überdies eine oder mehrere optisch aktive Verbindungen enthalten. Beispiele für geeignete optisch aktive Verbindungen sind die Cholesteryl-derivate (zum Beispiel Cholesterylchlorid oder Cholesterylnonanoat) und die optisch aktiven Verbindungen der Formeln I—VIII mit einer chiralen Seitenkette [zum Beispiel optisch aktives 4-(2-Methylbutyl- oder 2-Methylbutoxy)-4-biphenylcarbonitril]. Die erfindungsgemäßen Gemische können außerdem eine oder mehrere dichroitische Farbstoffe, zum Beispiel Azo-, Azoxy- bzw. Anthrachinonfarbstoffe) enthalten. Der Anteil an optisch aktiven Verbindungen bzw. Farbstoffen hängt von der Löslichkeit, der gewünschten Ganghöhe, der gewünschten Farbe, Extinktion und dergleichen ab. Im allgemeinen beträgt der Anteil an optisch aktiven Verbindungen bei dichroitischen Farbstoffen meist jeweils um 10 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 8,0 Gew.-% im Gesamtgemisch.

Die erfindungsgemäßen Gemische und die dieses Gemisch als flüssigkristallines Dielektrikum enthaltenden elektrooptischen Vorrichtungen können durch an sich bekannte Verfahren hergestellt werden.

Die Erfindung wird durch die unten aufgeführten Beispiele noch näher erläutert. C bezeichnet eine kristalline Phase, S eine smektische Phase, S<sub>B</sub> eine smektische B-Phase, N eine nematische Phase und I die isotrope Phase. V<sub>10</sub> bezeichnet die Spannung für eine Durchlässigkeit von 10% (Betrachtungswinkel senkrecht zur Plattenoberfläche). An bezeichnet die optische Anisotropie und n<sub>0</sub> den Brechungsindex für die Nap-Linie, wenn nicht anders angegeben. Die optischen Daten wurden bei 20°C gemessen, wenn nicht ausdrücklich anders angegeben.

Die Strukturen der Flüssigkristallverbindungen in den nachfolgenden Beispielen werden mittels Akronymen

angegeben. Die Umwandlung in die chemischen Formeln wird durch die folgenden Abkürzungen erklärt:  
 Kode für  
 $R^1, R^2, L^1$ :

	$R^1$ ,	$R^2$ und	$L^1$
nm	$C_n H_{2n+1}$	$C_m H_{2m+1}$	H
nOm	$C_n H_{2n+1}$	O $C_m H_{2m+1}$	H
n	$C_n H_{2n+1}$	CN	H
nN.F	$C_n H_{2n+1}$	CN	F
nO.m	$C_n H_{2n+1} O$	$C_m H_{2m+1}$	H
nN	$C_n H_{2n+1}$	CN	H

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

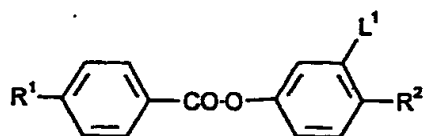
65



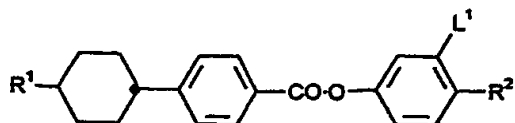
Acronym

Formel

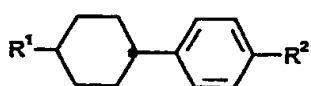
ME



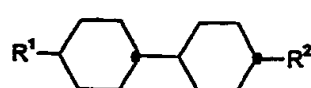
HP



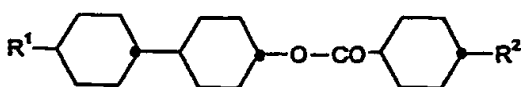
PCH



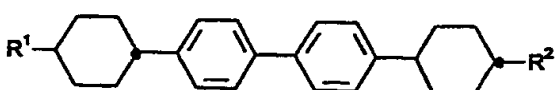
CCH



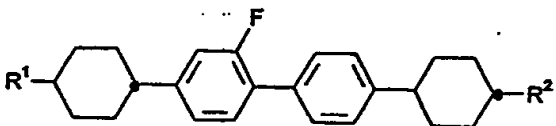
HD



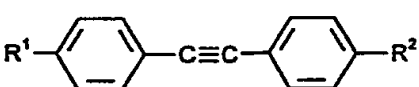
CBC



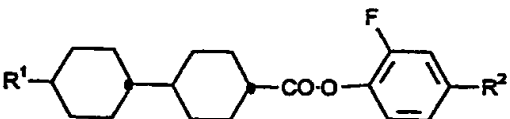
CBC-nmF



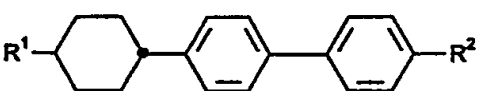
PTP



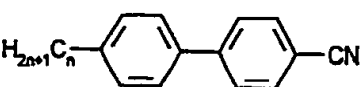
CP-nmF



BCH



K3n



## Beispiel 1

Ein Gemisch, bestehend aus

ME2N.F	5,0	
ME3N.F	6,0	
ME5N.F	12,0	
ME7N.F	7,0	
HP-3N.F	4,0	5
HP-4N.F	4,0	
HP-5N.F	4,0	
PCH-301	14,0	
PCH-53	5,0	10
CCH-303	16,0	
HD-34	6,0	
HD-35	6,0	
CBC-33	3,0	
CBC-53	3,0	15
CBC-33F	5,0	

weist die folgenden Eigenschaften auf:

TS,N: < -40°C

TN,I: +83°C

Viskosität (20°C): 36 mm<sup>2</sup>/s

$\Delta n$  (20°C): 0,1209

V(10, 0, 20): 1,19 Volt

#### Beispiel 2

Es wird ein die Komponenten A, B, C und D umfassendes "4-Flaschensystem" hergestellt:  
Bei Komponente A handelt es sich um das in Beispiel 1 beschriebene Gemisch.

B		C		D		
ME2N.F	4,0	ME2N.F	2,0	K6	4,0	
ME3N.F	4,0	ME3N.F	3,0	K9	4,0	35
ME5N.F	12,0	ME5N.F	3,0	PCH-3	23,0	
ME7N.F	7,0	PCH-3	15,0	PCH-301	18,0	
HP-3N.F	4,0	PCH-301	15,0	PCH-302	8,0	40
HP-4N.F	4,0	PCH-53	16,0	PTP-102	6,0	
HP-5N.F	4,0	CCH-34	7,0	PTP-201	6,0	45
PCH-301	13,0	BCH-32	10,0	BCH-32	11,0	
PCH-53	11,0	BCH-52	5,0	CBC-53	4,0	
PTP-102	6,0	CP-55F	4,0	CBC-33	4,0	50
PTP-201	6,0	CBC-53	3,0	CBC-53F	4,0	
BCH-32	7,0	CBC-33	4,0	CBC-55F	4,0	
BCH-52	8,0	CBC-53F	4,0	CBC-33F	4,0	55
CBC-53F	4,0	CBC-55F	4,0			
CBC-33F	5,0	CBC-33F	5,0			60

Komponente B hat die folgenden Kenngrößen:

S < -40 N + 79 I

Viskosität (20°C): 34 mm<sup>2</sup>/s

$\Delta n$  (20°C): 0,1606

V(10, 0, 20): 1,22 V.

Komponente C hat die folgenden Kenngrößen:

$$S < -40 N + 90 I$$

Viskosität (20° C): 18 mm<sup>2</sup>/s

5  $\Delta n$  (20° C): 0,1195

V(10, 0, 20): 2,20 V.

Komponente D hat die folgenden Kenngrößen:

10  $S < -40 N + 92 I$

Viskosität (20° C): 19 mm<sup>2</sup>/s

$\Delta n$  (20° C): 0,1606

V(10, 0, 20): 2,20 V.

15 Durch Mischen der Komponenten A und B werden Mischungen mit den folgenden Kenngrößen erhalten:

	Komponente (%)		$\Delta n$	V(10, 0, 20) (Volt)
20	A	B		
	25	75	0,151	1,21
	50	50	0,140	1,21
25	75	25	0,131	1,20

30 Durch Mischen der Komponenten A und C werden Mischungen mit den folgenden Kenngrößen erhalten:

	Komponente (%)		$\Delta n$	V(10, 0, 20) (Volt)
35	A	C		
	25	75	0,119	1,95
	50	50	0,120	1,69
40	75	25	0,121	1,44

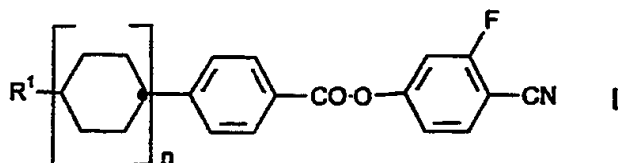
45 Durch Mischen der Komponenten A und D werden Mischungen mit den folgenden Kenngrößen erhalten:

	Komponente (%)		$\Delta n$	V(10, 0, 20) (Volt)
50	A	D		
	25	75	0,151	1,95
	50	50	0,139	1,69
55	75	25	0,131	1,45

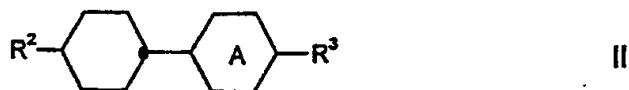
60 Mit dem neuen "4-Flaschensystem" können die Kenngrößen  $\Delta n$  und V(10, 0, 20) zwischen 0,119 und 0,161 bzw. zwischen 1,19 Volt und 2,20 Volt eingestellt werden, indem die 4 Grundmischungen in den entsprechenden Mengen vermischt werden.

#### Patentansprüche

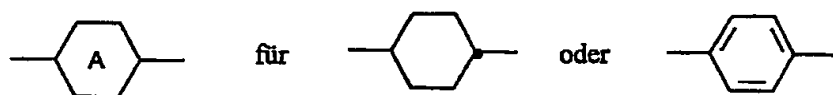
65 1. Flüssigkristallgemisch, bestehend im wesentlichen aus zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel I,



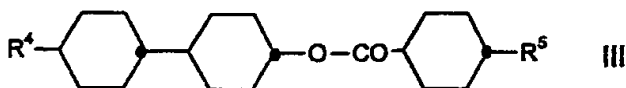
worin  $R^1$  für geradkettiges Alkyl mit 2 bis 7 Kohlenstoffatomen steht und  $n$  0 oder 1 bedeutet,  
zwei oder mehrere Verbindungen der allgemeinen Formel II,



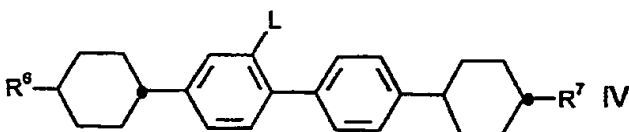
worin  $R^2$  für geradkettiges Alkyl mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen steht,  $R^3$  für geradkettiges Alkyl oder Alkoxy mit 1 bis 5 Kohlenstoffatomen steht und



steht  
zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel III,



worin  $R^4$  und  $R^5$  jeweils unabhängig voneinander Alkyl mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen bedeuten, und  
zwei oder mehr Verbindungen der allgemeinen Formel IV,



worin  $R^6$  und  $R^7$  jeweils unabhängig voneinander eine der für  $R^2$  angegebenen Bedeutungen haben, und  $L$  H oder F ist.

2. Flüssigkristallgemisch gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es eine oder mehrere Verbindungen der Formel I enthält mit  $n$  gleich 1 sowie eine oder mehrere Verbindungen der Formel I mit  $n$  gleich 0.

3. Flüssigkristallgemisch gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Verbindungen der Formeln I und II im Gesamtgemisch 70—85 Gew.-% beträgt.

4. Flüssigkristallgemisch gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Verbindungen der Formel II im Gesamtgemisch wenigstens 20 Gew.-% beträgt.

5. Flüssigkristallgemisch gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es aus zu 30—50 Gew.-% aus zwei oder mehr Verbindungen der Formel I, zu

25—45 Gew.-% aus einer oder mehreren Verbindungen der Formel II, zu

4—15 Gew.-% aus drei oder mehr Verbindungen der Formel III  
und zu

4—15 Gew.-% aus zwei oder mehr Verbindungen der Formel IV besteht.

6. Flüssigkristallgemisch gemäß einem der Ansprüche 1—5, dadurch gekennzeichnet, daß

$R^1$  n-Alkyl mit 2, 3, 4, 5 oder 7 C-Atomen bedeutet,

$R^2$  n-Alkyl mit 3 oder 5 C-Atomen bedeutet,

$R^3$  n-Alkyl oder n-Alkoxy mit 1 oder 3 C-Atomen bedeutet,

$R^4$  und  $R^5$  jeweils n-Alkyl mit 3, 4 oder 5 C-Atomen bedeuten, und

$R^6$  und  $R^7$  jeweils n-Alkyl mit 3 oder 5 C-Atomen bedeuten.

7. Flüssigkristallgemisch gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es

3 bis 8 Verbindungen der Formel I,

2 oder 3 Verbindung der Formel II,

2 Verbindungen der Formel III und

2 bis 5 Verbindungen der Formel IV

enthält.

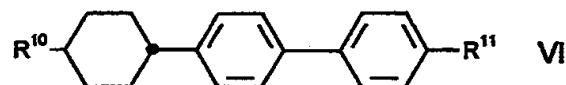
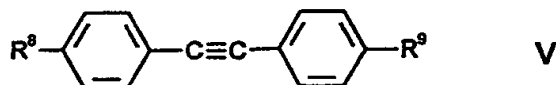
8. Flüssigkristallgemisch gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es 2 Verbindungen der Formel II mit  $R^3$  gleich Alkoxy, und 1 Verbindung der Formel II mit  $R^3$  gleich Alkyl enthält.

9. Flüssigkristallgemisch gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es 2 Verbindungen der Formel IV mit L gleich H und eine oder mehrere Verbindung der Formel IV mit L gleich F enthält.

10. Multi-Bottle-System mit zwei oder mehr Flüssigkristallbestandteilen, von denen mindestens zwei Komponenten fast die gleiche Schwellenspannung, jedoch unterschiedliche optische Anisotropie aufweisen, oder wenigstens zwei Komponenten fast gleiche optische Anisotropie, jedoch unterschiedliche Schwellenspannung aufweisen, dadurch gekennzeichnet, daß eine Komponente (A) ein Flüssigkristallmedium gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 ist.

11. Multi-Bottle-System gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) eine optische Anisotropie von 0,115—0,125 und die andere (B) eine optische Anisotropie von 0,155—0,165 und fast die gleiche Schwellenspannung aufweist wie (A).

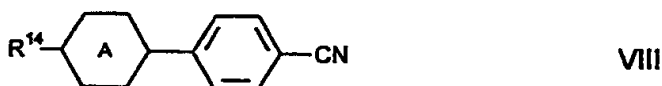
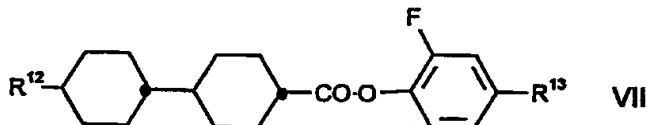
12. Multi-Bottle-System gemäß Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (B) im wesentlichen aus Verbindungen besteht; die ausgewählt wurden aus den Formeln I, II, IV gemäß Anspruch 1 sowie Verbindungen der Formeln V und VI:



worin  $R^8$ ,  $R^9$ ,  $R^{10}$  und  $R^{11}$  die für  $R^2$  und  $R^3$  angegebenen Bedeutungen haben.

13. Vielflaschensystem gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß Komponente (A) eine Schwellenspannung von etwa 1,2 Volt, und Komponente (C) eine Schwellenspannung von etwa 2,2 Volt und fast die gleiche optische Anisotropie wie (A) aufweist.

14. Multi-Bottle-System gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (C) im wesentlichen aus Verbindungen besteht, die ausgewählt wurden aus den Formeln I, II, IV, VI gemäß Anspruch 1 sowie VII und VIII



worin  $R^{12}$ ,  $R^{13}$  und  $R^{14}$  eine der für  $R^3$  angegebenen Bedeutungen hat und Ring A eine der für Formel II angegebenen Bedeutungen aufweist.

15. Multi-Bottle-System gemäß der Ansprüche 10—14, dadurch gekennzeichnet, daß Komponente (D) eine optische Anisotropie von 0,155—0,165 und eine Schwellenspannung von etwa 2,20 Volt aufweist.

16. Multi-Bottle-System gemäß Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (D) im wesentlichen aus Verbindungen besteht, die ausgewählt wurden aus den Formeln II, IV, V, VI und VIII gemäß der Ansprüche 1, 12 und 14.

17. Elektrooptische Anzeigevorrichtung, beruhend auf dem Prinzip der verdrehten nematischen Zelle, dadurch gekennzeichnet, daß sie ein Flüssigkristallmedium gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 oder ein aus den Multi-Bottle-System gemäß einem der Ansprüche 10 bis 16 erhältliches Flüssigkristallmedium als Dielektrikum enthält.

**WEST**

Generate Collection

L17: Entry 7 of 7

File: DWPI

Jul 31, 1997

DERWENT-ACC-NO: 1997-386598

DERWENT-WEEK: 199736

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Liquid crystal medium and multi-bottle system for twisted nematic LCD - contains n-alkyl-cyclohexyl-cyclohexyl n-alkyl-cyclohexane-carboxylate and/or bis-n-alkyl-cyclohexyl-bi:phenyl compounds

INVENTOR: KOMPTER, M; WEBER, G

PRIORITY-DATA: 1996DE-1003257 (January 30, 1996)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 19603257 A1	July 31, 1997		012	C09K019/08

INT-CL (IPC): C07 C 13/28; C07 C 25/18; C07 C 43/184; C07 C 43/21; C07 C 69/75; C07 C 255/55; C09 K 19/08; G02 F 1/13; G09 F 9/35

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 19603257A

## BASIC-ABSTRACT:

Liquid crystal (LC) mixture contains at least two 4-cyano-3-fluorophenyl 4-n-alkyl- or 4-(trans-4-n-alkyl-cyclohexyl)-benzoates of formula (I), at least two 1-alkyl- or 1-n-alkoxy-4-(trans-4-n-alkyl-cyclohexyl)-cyclohexane or -benzene compounds of formula (II), at least two trans-4-(trans-4-n-alkyl-cyclohexyl)-cyclohexyl 4-n-alkyl-cyclohexanecarboxylates of formula (III) and at least two 4,4'-bis(trans-4-n-alkyl-cyclohexyl)-biphenyls of formula (IV): Where R1 = linear 2-7 carbon (C) alkyl; R2 and R4-7 = linear 2-5 C alkyl; R3 = linear 1-5 C alkyl or alkoxy; n = 0 or 1; L = hydrogen (H) or fluorine (F). Also claimed are multi-bottle systems containing this LC medium.

USE - The LC media and multi-bottle systems are used as dielectric in electro-optical displays of the twisted nematic cell type (all claimed).

ADVANTAGE - The multi-bottle systems have lower viscosities than a similar multi-bottle system. Even relatively small amounts of compounds (III) and (IV) cause a considerable improvement in the mesophase range. The LC mixtures have a low threshold potential and wide mesophase range.